

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-171442

(43)Date of publication of application : 09.07.1993

(51)Int.Cl.

C23C 16/30  
B22F 3/24  
C22C 1/05  
C22C 29/08  
C23C 26/00

(21)Application number : 03-342985

(71)Applicant : SUMITOMO ELECTRIC IND LTD

(22)Date of filing : 25.12.1991

(72)Inventor : NAKANO MINORU

## (54) COATED SINTERED HARD ALLOY AND ITS MANUFACTURE

## (57)Abstract:

PURPOSE: To provide a coated sintered hard alloy to be a tool having wear resistance and toughness in high efficiency working conditions and its manufacturing method.

CONSTITUTION: The surface of a sintered hard alloy using the carbide, nitride, carbon nitride, etc., of IVB, VB and VIB group elements in the periodic table as a hard phase and using iron-family metal as a bonding phase is coated with a coating layer constituted of one or more kinds among the carbide, nitride, oxide and boride of IBV, VB and VIB group elements and aluminum oxide, etc., and a carbon nitride layer of IVB VB and/or VIB group element having 0.5 to 5 $\mu$ m thickness are present just below the boundary of the coating layer and a bonding phase enriched layer having 5 to 100 $\mu$ m thickness is present just below the carbon nitride layer. At the time of sintering the sintered hard alloy, it is held in heating to 1300 to 1400° C in the nitrogen atmosphere of 5 to 50Torr and thereafter cooled to  $\leq$ 1255° C at 5 to 0.5° C/min cooling rate.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-171442

(43) 公開日 平成5年(1993)7月9日

(51) Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 3 C 16/30		7325-4K		
B 2 2 F 3/24	1 0 2 A			
C 2 2 C 1/05	H			
29/08				
C 2 3 C 26/00	A			

審査請求 未請求 請求項の数2(全4頁)

(21) 出願番号 特願平3-342985

(22) 出願日 平成3年(1991)12月25日

(71) 出願人 000002130

住友電気工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

(72) 発明者 中野 稔

兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友

電気工業株式会社伊丹製作所内

(74) 代理人 弁理士 内田 明 (外2名)

(54) 【発明の名称】 被覆超硬合金およびその製造方法

(57) 【要約】

【目的】 高能率加工条件下で耐摩耗性と靱性を保持した工具となる被覆超硬合金及びその製造方法を提供する。

【構成】 周期律表4a, 5a, 6a族の炭化物、窒化物、炭窒化物等を硬質相とし、鉄族金属を結合相とした超硬合金表面に、4a, 5a, 6a族の炭化物、窒化物、酸化物、硼化物、酸化アルミニウム等の一以上からなる被覆層を被覆してなり、被覆層界面直下に0.5 ~ 5  $\mu\text{m}$ の厚さの4a族並びに5a及び/又は6a族の炭窒化物層が存在し、該炭窒化物層直下に結合相富化領域が5 ~ 100  $\mu\text{m}$ の厚さで存在してなる被覆超硬合金である。その製法は前記超硬合金を焼結する際、5 ~ 50 torrの窒素雰囲気中で1300~1400℃に加熱保持後、5 ~ 0.5℃/分の冷却速度で1255℃以下まで冷却する工程を有することを特徴とする。

1

2

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 周期律表4a, 5a, 6a族の炭化物、窒化物および炭窒化物の一種もしくはそれ以上を硬質相とし、鉄族金属の一種もしくはそれ以上を結合相とした超硬合金の表面に、周期律表4a, 5a, 6a族の炭化物、窒化物、酸化物、硼化物およびこれらの固溶体もしくは化合物並びに酸化アルミニウムから選ばれる一種もしくはそれ以上からなる単層もしくは多重層を被覆してなる被覆超硬合金において、被覆層界面直下に4a族並びに5aおよび/または6a族の炭窒化物からなる相が0.5から5μm厚さの層として存在し、当該炭窒化物層の直下に合金内部に比し結合相の富化した領域が5から100μmの厚さで存在してなる被覆超硬合金。

【請求項2】 周期律表4a, 5a, 6a族の炭化物、窒化物および炭窒化物の一種もしくはそれ以上を硬質相とし、鉄族金属の一種もしくはそれ以上を結合相とした超硬合金において、該超硬合金を焼結する際に、5~50torrの窒素雰囲気中で温度1300℃~1400℃に加熱保持する工程とこれに続き5℃~0.5℃/minの冷却速度で少なくとも1255℃以下まで冷却する工程を含み、被覆層界面直下に4a族並びに5aおよび/または6a族の炭窒化物からなる相が0.5から5μm厚さの層として存在し、当該炭窒化物層の直下に合金内部に比し結合相の富化した領域が5から100μmの厚さで存在してなる超硬合金の表面に、周期律表4a, 5a, 6a族の炭化物、窒化物、酸化物、硼化物およびこれらの固溶体もしくは化合物並びに酸化アルミニウムから選ばれる一種もしくはそれ以上からなる単層もしくは多重層を被覆することを特徴とする被覆超硬合金の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は切削工具に使用される強靱かつ耐摩耗性に優れた被覆超硬合金およびその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 近年、切削加工の高効率化が進んでいる。超硬合金の表面に、炭化チタンなどの薄膜を気相より蒸着した被覆超硬合金は、母材の強靱性と、表面の耐摩耗性を併せ持つため、従来の超硬合金に比べより高効率な切削工具として、被覆超硬合金が提供されている。切削効率は、切削速度(V)と送り量(f)の積で決まる。Vを上昇させると刃先温度が上昇し工具寿命が急速に低下する。このため従来はfを高くして切削効率を向上させてきた。この場合、高い切削応力に対応できる母材の高靱化が要求される。これに対応する方法として、合金表面の結合相量を富化する方法がある(特開平2-1975689号公報)。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 ところで、最近ではf

10

20

30

40

50

を高くするだけではなく、V, f共に上昇させることも行われている。これらの要求に対して、合金表面の結合相量の増加は靱性向上につながるが、高い切削速度の条件下では刃先変形を生じる危険がある。一方、耐摩耗性向上の方法としては、結合相量を減少する方法があるが、fの高い条件下では欠損し易くなる。更にまた、合金表面にTiとW化合物層を形成する方法によって耐摩耗性を向上する方法も開示されている(「粉体および粉末冶金」第29巻第5号p705)が、被覆超硬合金に対抗しえるものではない。本発明は上記した従来技術の有する種々の欠点を解消し、従来技術では達成できなかった高能率加工の条件下で、耐摩耗性と靱性を保持した工具となる被覆超硬合金およびその製造方法を提供することを目的とする。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】 本発明は上記目的を、周期律表4a, 5a, 6a族の炭化物、窒化物および炭窒化物の一種もしくはそれ以上を硬質相とし、鉄族金属の一種もしくはそれ以上を結合相とした超硬合金の表面に、周期律表4a, 5a, 6a族の炭化物、窒化物、酸化物、硼化物およびこれらの固溶体もしくは化合物並びに酸化アルミニウムから選ばれる一種もしくはそれ以上からなる単層もしくは多重層を被覆してなる被覆超硬合金において、被覆層界面直下に4a族並びに5aおよび/または6a族の炭窒化物からなる相が0.5から5μm厚さの層として存在し、当該炭窒化物層の直下に合金内部に比し結合相の富化した領域が5から100μmの厚さで存在してなる被覆超硬合金により達成する。また、本発明の被覆超硬合金の製造方法は、周期律表4a, 5a, 6a族の炭化物、窒化物および炭窒化物の一種もしくはそれ以上を硬質相とし、鉄族金属の一種もしくはそれ以上を結合相とした超硬合金において、該超硬合金を焼結する際に、5~50torrの窒素雰囲気中で温度1300℃~1400℃に加熱保持する工程とこれに続き5℃~0.5℃/minの冷却速度で少なくとも1255℃以下まで冷却する工程を含み、被覆層界面直下に4a族並びに5aおよび/または6a族の炭窒化物からなる相が0.5から5μm厚さの層として存在し、当該炭窒化物層の直下に合金内部に比し結合相の富化した領域が5から100μmの厚さで存在してなる超硬合金の表面に、周期律表4a, 5a, 6a族の炭化物、窒化物、酸化物、硼化物およびこれらの固溶体もしくは化合物並びに酸化アルミニウムから選ばれる一種もしくはそれ以上からなる単層もしくは多重層を被覆することを特徴とする。

## 【0005】

【作用】 本発明の超硬合金母材は周期律表4a, 5a, 6a族の炭化物、窒化物および炭窒化物の一種もしくはそれ以上を硬質相として鉄族金属の一種もしくはそれ以上を結合相としたものである。本発明では、合金母

3

材表面に、4a族並びに5a族および/または6a族の炭窒化物相が0.5~5 $\mu$ mの厚さの層で存在しており、当該炭窒化物相の層直下に、合金内部に比し結合相の富化した領域を5~100 $\mu$ m存在せしめる。表面の炭窒化物相の層は、耐摩耗性を向上させるが、靱性を著しく低下させる。この欠点は、この層の直下に結合相の量を富化することによって解決することができる。表面の炭窒化物相からなる層の厚さは、0.5 $\mu$ m以下では耐摩耗性向上に効果がない。一方、5 $\mu$ mを超えると当該炭窒化物層の表面粒度が荒くなり、被覆層の接着性を低下させるので好ましくなく、好ましくは3 $\mu$ m以下である。結合相の富化した領域は、5 $\mu$ m以内では効果がなく、100 $\mu$ mを超えると耐摩耗性の低下につながる。好ましくは、5 $\mu$ m~30 $\mu$ mの範囲内である。また、結合相の富化量は、少なくとも合金内部に比較して1.5倍~3倍が好ましい。この範囲未満では靱性向上の効果が少なく、この範囲を超えると耐摩耗性が低下しやすい。そして、当該合金母材に周期律表4a, 5a, 6a族の炭化物、窒化物、酸化物、硼化物およびこれらの固溶体もしくは化合物並びに酸化アルミニウムの一層もしくはそれ以上からなる単層もしくは多重層を被覆することによって、耐摩耗性が確保される。

【0006】なお、合金母材表面の炭窒化物相の層は、周期律表4a, 5a, 6a族の炭化物、窒化物またはこれらの化合物の一種以上を含む合金を窒素雰囲気下で焼結することにより形成でき、窒素圧力の制御によって、その厚さを制御できる。なお、好ましくは1300℃~1400℃の範囲で、窒素圧力5~50torrとする。50torr未満では例えばTiとWの化合物等の形成が困難であり、50torrを超えると例えばTiとWの化合物が粗粒化して合金表面が粗くなり、また表面炭窒化物層直下の結合相富化層の形成上、好ましくないからである。即ち、結合相富化領域は、合金中に一定量の遊離炭素量(FC)を含む合金を、5℃~0.5℃/minの冷却速度で少なくとも1255℃以下まで冷却することで達成される。この場合、

0.04重量%  $\leq$  FC  $\leq$  0.10重量%  
の範囲であることが好ましい。また、合金表面層が形成されるには、少なくとも合金中の窒素量が、0.02重量%以上必要である。0.02重量%未満では例えばTiとWの化合物の形成ができないためである。合金を上記の条件を著しく超える範囲で焼結すると、窒素量が合金中に多量に存在することとなり、合金中の遊離炭素量

4

が減少して結合相富化が困難となる。本発明の合金として好ましくは、合金中の窒素量が0.02~0.04重量%、FC量が0.05~0.07重量%の範囲にあるものを挙げることができる。なお、合金表面に更に設ける被覆層は、通常のCVD、PVD法で形成する。

【0007】

【実施例】以下、実施例により本発明を具体的に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

実施例1

- 10 WC-5%TiC-3%TaC-6%Co(重量%)の組成からなる完粉をCNMG120408の形状でチップにプレス後、1450℃まで真空昇温し、5, 10, 30, 50torrの窒素圧力下で一時間保持した後、1250℃まで2℃/minの冷却速度で冷却した(試料A、B、C、D)。これを母材として、通常のCVD法により内層に5 $\mu$ mTiC、外層に1 $\mu$ mの酸化アルミニウムを被覆した。以上で得られた各被覆超硬合金A、B、C、Dの表面には、Ti、TaとWからなる炭窒化物相が、各々0.5、1.0、3.0、5.0 $\mu$ m
- 20 の厚さを有し、この表面層直下には、30 $\mu$ mの範囲で合金内部に比較して2倍富化した結合相領域が存在していた。各被覆超硬合金の分析結果を表1に示す。また、各被覆超硬合金A~Dにつき、下記の切削条件で切削テストを行った。

切削条件1(耐摩耗性テスト)

切削速度 350m/min  
被削材 SCM415  
送り 0.5mm/rev  
切込み 2.0mm

- 30 切削時間 20min

切削条件2(靱性テスト)

切削速度 100m/min  
被削材 SCM435 4溝材  
送り 0.20~0.40mm/rev  
切込み 2.0mm

切削時間 30sec、8回繰り返し

- 40 切削テスト結果を合わせて表1に示す。なお、比較のため通常の超硬合金(WC-5%TiC-3%TaC-6%Co)に本実施例と同様の被覆を施したもののテスト結果も示す。

【0008】

【表1】

5

6

No.	テスト1 (逃げ面摩耗量)	テスト2 (欠損率)	FC (重量%)	N <sub>2</sub> (重量%)
A	0.25mm	23%	0.08%	0.02%
B	0.20	35	0.07	0.03
C	0.18	40	0.06	0.04
D	0.15	62	0.04	0.06
比較品	6分で欠損寿命	96	—	—

## 【0009】実施例2

WC-5%TiC-3%TaN-6%Co (重量%) の組成からなる完粉をCNMG120408の形状でチップにプレス後、1380℃まで真空昇温し、5 torr の窒素圧力下で1時間保持した後、1250℃まで0.5℃/min, 1.0℃/min, 2.0℃/min, 5.0℃/minの冷却速度で冷却した(試料E、F、G、H)。これを母材として、通常のCVD法により内層に5μmTiC、外層に1μmの酸化アルミニウムを被覆した。以上で得られた各被覆超硬合金E、F、G、Hの表面には、Ti、TaとWからなる炭窒化物層を2.0μmの厚さで有し、この表面層直下には、各々80, 50, 30, 10μmの範囲で合金内部に比較して2倍富化した結合相領域が存在していた。各被覆超硬合金E~Hにつき、前記1, 2の切削条件で切削テストを行った。テスト結果を表2に示す。また、比較のため通常の超硬合金(WC-5%TiC-3%TaN-6%Co)に本実施例と同様に被覆を施したもののテスト結果についても合わせて示す。

【0010】

【表2】

No.	テスト1 (逃げ面摩耗量)	テスト2 (欠損率)
E	0.33mm	0%
F	0.28	5
G	0.25	18
H	0.20	25
比較品	5.5分で欠損寿命	80

【0011】以上の実施例1, 2の結果から、本発明の被覆超硬合金は、靱性、耐摩耗性共に向上したものであることがわかる。

【0012】

【発明の効果】本発明の被覆超硬合金は、従来技術では達成できなかった高能率加工の条件下で、優れた耐摩耗性と靱性を保有することのできる切削工具を提供することができる。

30